



SITE PREFERENCE OF IMPURITY IONS IN
M-TYPE BARIUM FERRITES

SIRIKANJANA THONGMEE

With compliments
of
คณะวิทยาศาสตร์ ม.มหิดล

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE (CHEMICAL PHYSICS)
MAHIDOL UNIVERSITY

1999

ISBN 974-663-014-8

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

TH
S619 ๗
199๙

43197 e.2



4036407 SCCP/M: MAJOR: CHEMICAL PHYSICS; M.Sc.(CHEMICAL PHYSICS)

KEY WORDS : BARIUM FERRITES SATURATION MAGNETIZATION/

MÖSSBAUER EFFECT/ HYPERFINE FIELD

SIRIKANJANA THONGMEE: SITE PREFERENCE OF IMPURITY IONS IN M-TYPE BARIUM FERRITES. THESIS ADVISORS: PONGTIP WINOTAI, Ph.D., ORAPIN RANGSIMAN, Dr.rer.nat, I MING TANG. Ph.D., 90 p.

ISBN 974-663-014-8

The effect of aluminium substitution into barium ferrites was investigated by saturation magnetization and Mössbauer spectroscopy. Saturation magnetization data and Mössbauer parameters such as hyperfine field, isomer shift, quadrupole splitting, half width and other parameters of samples, site preference of aluminium ions in barium ferrites were observed.

In the first stage of preparation of $\text{BaFe}_{12-x}\text{Al}_x\text{O}_{19}$ ($x = 0, 0.1, 0.2, 0.4$ and 0.6 respectively) were weighed to stoichiometric compositions. The mixtures were ball-milled for ten hours before they were prefired at 1300°C in an oxygen atmosphere for two hours using Lenton furnace with heating rate $4^\circ\text{C}/\text{min}$. The purpose of prefiring is to fabricate the ferrite by solid state reaction. The calcined powders were ball-milled again for seven hours in order to produce particle size of approximately 1 micron. Then the fine calcined powders were pressed into pellets. Several pellets of each composition were sintered at 1300°C in the air for twenty four hours. During the sintering process, crystallization took place.

After the preparation, crystal structures were investigated by X-ray diffraction (XRD). The site preference of aluminium ions was observed by hysteresisgraph; the saturation magnetization, M_s , was seen to decrease linearly with increasing aluminium substitution. The Mössbauer spectra for the $x = 0.1, 0.2, 0.4$ and 0.6 specimens were all resolved as superpositions of four sub-spectra ($12k$, $4f_{iv} + 2a$, $4f_{vi}$ and $4e$). The half width of the Mössbauer lines of $4f_{iv} + 2a$ sextets was seen to broaden as aluminium ions were substituted into the barium hexaferrites. No broadening was seen in the lines of the other sextets ($4e$, $4f_{vi}$ and $12k$).

These behaviors (the line broadening and a linear decrease in saturation magnetization) were consistent with the substitution of Al^{3+} ions preferentially into the 2a sites.

4036407 SCCP/M :สาขาวิชา: เคมีคัล ฟิสิกส์ ; วท.ม. (เคมีคัล ฟิสิกส์)

ศิริกาญจนา ทงมี: การเลือกเข้าแทนที่บางตำแหน่งของเหล็กด้วยไอออนมลทินในแบเรียมเฟอร์ไรท์ (SITE PREFERENCE OF IMPURITY IONS IN M-TYPE BARIUM FERRITES). คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: พงศ์ทิพย์ วิโนทัย, Ph.D., อรพินท์ รังสิมันต์, Dr. rer. nat., อิมิง ถัง, Ph.D. 90 หน้า ISBN 974-663-014-8

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษา ผลของการเติมอะลูมิเนียมออกไซด์เข้าไปในแบเรียมเฟอร์ไรท์ โดยใช้เครื่องฮิสเตอร์ซิสกราฟ และ มอสบาวเออร์ สเปกโทรสโคปี จากค่าของ saturation magnetization, hyperfine field, isomer shift, quadrupole splitting, half width และ พารามิเตอร์อื่นๆ ที่ได้จากการเติม อะลูมิเนียมออกไซด์เข้าไปในแบเรียมเฟอร์ไรท์ได้

ในช่วงแรกของการเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์ ในสัดส่วนต่างๆ ของผสมที่ได้จะถูกบดเป็นเวลา 10 ชั่วโมง โดยนำไปเผาครั้งแรกที่อุณหภูมิ 1300 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเป็น 4 °C/นาที ภายใต้ออกซิเจนแก๊ส การเผารั้งนี้ก็เพื่อต้องการให้สารที่เตรียมเกิดเป็นเฟอร์ไรท์ โดยวิธี solid state reaction จากนั้นนำสารที่ได้ไปบดให้ละเอียดอีกครั้งเป็นเวลา 7 ชั่วโมง เพื่อต้องการให้ได้อนุภาคของสารมีขนาดประมาณ 1 ไมครอน แล้วจึงนำสารที่ได้จากการบดไปอัดเป็นเม็ด และนำเม็ดสารที่ได้ไปเผาอีกครั้งที่อุณหภูมิ 1300 °C ในอากาศ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ระหว่างกระบวนการเผาจะทำให้ขนาดอนุภาคของเฟอร์ไรท์ใหญ่ขึ้นและมีความหนาแน่นมากขึ้น

หลังจาก การเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์เรียบร้อยแล้ว โครงสร้างผลึกถูกศึกษาโดย X-ray diffractometer (XRD) การเข้าแทนที่บางตำแหน่งของเหล็กด้วยอะลูมิเนียม ศึกษาจากการวัด ฮิสเตอร์ซิสกราฟ โดยจะพบว่า saturation magnetization, M_s , มีค่าลดลงอย่างสม่ำเสมอ เมื่อ อะลูมิเนียมเข้าไปแทนที่ตำแหน่งของเหล็ก มอสบาวเออร์สเปกตรัมของแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่เติม อะลูมิเนียมออกไซด์ลงไป 0.1, 0.2, 0.4 และ 0.6 นั้น มีตำแหน่งของเส้นสเปกตรัมอยู่ 4 สเปกตรัม คือ $12k$, $4f_{iv}+2a$, $4f_{vi}$ และ $4e$ เนื่องจาก 5 ตำแหน่งของไอออนของเหล็กที่มีสมมาตรต่างกัน ส่วน half width ของเส้นมอสบาวเออร์ที่ตำแหน่ง $4f_{iv}+2a$ sextets จะมีความกว้างของเส้นสเปกตรัมเพิ่มขึ้น เมื่อไอออนของอะลูมิเนียมเข้าไปแทนที่ตำแหน่งไอออนของเหล็ก ส่วน sextets อื่นๆ นั้นพบว่าความกว้างของเส้นสเปกตรัมไม่เพิ่มขึ้นเลย

ดังนั้น ความกว้างของเส้นสเปกตรัมที่เพิ่มขึ้นและการลดลงอย่างสม่ำเสมอของ saturation magnetization เป็นผลอันเนื่องมาจากไอออนของอะลูมิเนียมเข้าไปแทนที่บางตำแหน่งไอออนของเหล็กใน 2a sites.